## Análisis in situ de una cantera de caliza usando análisis por

# activación neutrónica de gammas inmediatos

César Zanabria<sup>1</sup>, Rafael Medina<sup>1</sup>, Leoncio Gilvonio<sup>1</sup>, Marco Munive<sup>2</sup>, Oscar Baltuano<sup>2</sup>, José Solís<sup>2,3,\*</sup>

<sup>1</sup> Cementos Lima S.A., Av. Atocongo 1440, Villa María del Triunfo, Lima

<sup>2</sup> Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima

<sup>3</sup> Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Tupa Amaru 210, Rimac, Lima

### Resumen

Se realizó la caracterización *in situ* de las perforaciones de voladura en las canteras de Atocongo y Pucara de Cementos Lima S.A. por análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos (Prompt Gamma Neutron Analysis Activation, PGNAA). Esta técnica muestrea el volumen que esta alrededor de la perforación y provee resultados del análisis en tiempo real y que son representativos. Esta información es útil para determinar el modelo geofísico de la cantera. La técnica PGNAA permite obtener resultados de campo de la concentración de determinados elementos de interés tales como el SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO y SO<sub>3</sub>. Las pruebas de campo realizadas ha probado que el sistema puede ser de gran utilidad para la caracterización de las canteras de caliza.

#### Abstract

Using prompt gamma neutron activation (PGNAA) *in situ* characterization of blast holes in Atocongo and Pucara open cut mines from Cementos Lima S.A. has been performed. This method collects information about the ore surrounding the bore hole and gives a real time and representative results for a geophysical model of the mine. The PGNAA system gives an *in situ* estimation of SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, and SO<sub>3</sub>. The field trials have been proved that the system could be used to characterize the limestone open cut mines.

### 1. Introducción

Los sondeos mecánicos son una herramienta muy importante en la exploración minera. esta técnica permite obtener muestras del subsuelo a diferentes profundidades. Su principal problema es su representatividad y en el mejor de los casos, sondeos con recuperación de testigo continuo al manipularla puede no haberse recuperado completamente. Posteriormente, estas muestras son enviadas al laboratorio para realizar los análisis respectivos usando técnicas como Fluorescencia de Rayos X, Absorción atómica, etc. Esto toma tiempo y puede producirse errores en los resultados como consecuencia de la manipulación de las muestras y debido a que la masa de la muestra analizada es de algunos gramos. No obstante, es la información más valiosa que se dispone sobre la mineralización, mientras no se llegue hasta ella mediante labores mineras. Entre las diferentes técnicas para analizar las perforaciones se tiene que el análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos (Prompt Gamma Neutron Analysis Activation, PGNAA) tiene la capacidad de proporcionar una información cuantitativa "*in-situ*" de la ley de mineral de interés (cobre, carbón, hierro, silicio, etc.) en tiempo real y en función de la profundidad de la perforación [1-3]. Esta información no es posible obtener mediante el análisis convéncional de las perforaciones y podría ayudar a conocer mejor la distribución del mineral en la cantera y mejorar la planificación de la extracción de la misma.

Esta técnica nuclear de análisis elemental es no destructivo. Para este análisis el material se expone a un flujo de neutrones y como los neutrones carecen de carga eléctrica no sufren la acción de campos eléctricos ni magnéticos, por eso son capaces de atravesar grandes espesores del material. Cuando un neutrón choca con un átomo le cede parte de su energía mediante la acción de choques elásticos (se conserva la energía del sistema)

<sup>\*</sup> Correspondencia autor: jsolis@ipen.gob.pe

e inelásticos (la energía del sistema se convierte en excitación interna del núcleo). Una fuente de neutrones (<sup>252</sup>Cf) emite neutrones rápidos, los cuales son frenados por los múltiples choques elásticos hasta alcanzar una energía de 0.025 eV, estos neutrones son conocidos como neutrones térmicos. La reacción mas probable que se produzca entre los neutrones térmicos y los núcleos es la captura neutrónica con la producción de un fotón gamma, donde el neutrón es absorbido por el núcleo produciendo un isótopo diferente (ver Fig. 1). El núcleo excitado emite una radiación gamma de alta energía al retornar a un estado de equilibrio [5].



Figura 1. Esquema de la reacción nuclear de captura neutrónica [4].

La energía de la radiación gamma es específica al núcleo y el tipo de reacción nuclear. Si la intensidad y la energía se mide con un detector espectrométrico, entonces se puede determinar el elemento y la cantidad del mismo presente en la muestra. Los rayos gamma emitidos pueden ser clasificados como inmediatos, o retardados provenientes del decaimiento de la radioactividad inducida según el tiempo de vida media de la desintegración. La radiación gamma inmediata tiene una vida media de aproximadamente  $10^{-13}$  s, mientras que la radiación gamma retardada se produce por el decaimiento radiactivo del isótopo excitado con un periodo de semidensintegración del orden de segundos u horas, dependiendo del elemento. La reacción nuclear de captura neutrónica se expresa por:

$${}^{A}_{Z}M + n \to \gamma + {}^{A+1}_{Z}M \tag{1}$$

La técnica PGNAA es de rápida respuesta ya que los núcleos en estado de excitación presentan una vida media muy corta. Es un método no-destructivo de análisis que presenta una baja actividad residual y es flexible a los requerimientos de las muestras: es decir, la forma química y la geometría de la muestra son relativamente irrelevantes. Cuando los neutrones térmicos interaccionan con un elemento de volumen, dv, del núcleo de un elemento x que tiene una sección eficaz de captura neutrónica macroscópica,  $\Sigma_x$ , entonces la probabilidad de que el fotón gamma producido sea detectado por el detector en la sonda sin dispersión esta determinado por la distancia que hay entre dvy el detector, y el coeficiente de atenuación del la roca para la radiación gamma. El efecto total en ausencia de interferencia en la perforación se obtiene por la integración del elemento de volumen sobre una esfera de influencia, V, del sistema detector-fuente de neutrones:

$$I_{\gamma}(l) = Q \Sigma_{x} / \Sigma_{r} F(l, L_{s}, L, \mu_{r})$$
(2)

donde  $I_{\gamma}$  (l) es la intensidad de la radiación gamma neta a una distancia, l, de la fuente al detector en la sonda, O es el flujo de neutrones térmicos,  $\Sigma_r$  es la sección eficaz de captura neutrónica macroscópica de la roca, y F es una función de l, los parámetros neutrónicos L,  $L_s$  y del coeficiente de atenuación lineal,  $\mu_r$ , de la roca para la radiación gamma. Usando el análisis regresional se puede seleccionar un modelo que puede usarse como una aproximación para una función de respuesta muy compleja. Esta técnica ha encontrado aplicaciones en sistemas de medida en línea y en el campo para determinar la calidad de la materia prima en la industria minera, también existen aplicaciones médicas, etc.

Este método debido a que muestrea un gran volumen y provee un análisis en tiempo real es particularmente útil para el monitoreo geofísico en la producción de perforaciones de exploración y de voladura. La técnica PGNAA puede ser usado en las canteras de caliza debido a que las secciones eficaces de captura de los elementos mayoritarios de la caliza son apreciables (Tabla 1).

Existen analizadores elementales comerciales en línea basados en la técnica PGNAA para el análisis de la materia prima que se usan en diferentes partes del proceso en una fábrica de cemento [4]. Sin embargo, no existen trabajos sobre el uso de la técnica PGNAA para la caracterización de la caliza en cantera. En el presente trabajo se ha explorado la aplicación del análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos en las canteras de Atocongo y Pucara de Cementos Lima S.A. Esta técnica ha logrado dar resultados de campo de la concentración de determinados elementos de interés (SiO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, y CaO) para la industria cementera lo cual puede reducir los costos de producción.

**Tabla 1.** Energía de la radiación Gamma emitiday sensibilidad para la captura neutrónica dealgunos elementos.

Elemento	Eγ (MeV)	Sensibilidad
Al	7.72	0.18
Si	4.93 3.54	0.40 0.45
Ca	6.42	0.30
Н	2.23	33
S	5.42	0.68
Cl	7.41 6.62 6.11	8.0 9.4 15
Ti	6.76 6.42	6.9 4.6
v	7.16 6.52	1.4 1.8
Cr	8.88 7.94	1.4 0.68
Mn	7.24 7.6	2.9 2.7
Fe	7.64	1.2
Ni	9.00 8.53	3.2 1.5
Cu	7.92 7.64	1.7 0.88
Cd	5.84	75
Gd	6.75	328
Hf	5.72	1.3
Hg	5.97	29

#### 2. Experimental

Para las medidas PGNAA de campo se utilizó el sistema SIROLOG de CSIRO, Exploration and mining, Australia, y consta básicamente de una sonda de medida, un cable de acero inoxidable que se conecta a una interfase, un sistema motorizado para introducir y retirar la sonda de una perforación y todo el sistema esta controlado por una computadora portátil. La Figura 2 muestra el esquema del sistema SIROLOG. El radio de acción de los neutrones térmicos es alrededor 0.4 m. La sonda de medida es de 70 mm de diámetro y 1.5 m de longitud, y consta de una fuente de neutrones de <sup>252</sup>Cf de 51 MBq, un cristal Bi<sub>4</sub>Ge<sub>3</sub>O<sub>12</sub> (BGO) como detector de rayos gamma junto a un

fotomultiplicador y el respectivo blindaje. El detector BGO y la fuente de neutrones están separados por un blindaje de plomo y polietileno de alta densidad. Como la captura neutrónica se produce con neutrones térmicos, estos son termalizados por el polietileno de alta densidad debido a su alto contenido de hidrógeno. El pico de hidrógeno a 2.23 MeV se usa para la estabilización de la ganancia de la sonda. Adicionalmente, el detector BGO esta cubierto con un cilindro de aluminio recubierto con B<sup>10</sup> que blinda el detector de los neutrones térmicos. La electrónica necesaria para la medida espectral de la radiación gamma esta contenida junto al detector dentro de la sonda.



**Figura 2.** Esquema del sistema de análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos SIROLOG.

El sistema está basado en la tecnología de cable simple que usa un conductor común para la comunicación y la alimentación de la sonda. Todo el sistema funciona con una batería de 12 V. El cable de acero inoxidable provee la línea de transmisión y el sistema de polea mide la profundidad por medio de un decodificador óptico. El Sistema esta conectado con un cable de acero inoxidable de 450 m, el cual mediante un motor y una polea puede introducir la sonda dentro de la perforación y retirarlo. La señal digital llega a una interfaz electrónica que esta conectada a una computadora portátil. Antes de la medición se introduce la sonda en la perforación hasta el fondo, y para realizar la medición se extrae la sonda y se obtiene un espectro acumulado para cada intervalo de 10 cm. La velocidad de muestreo utilizada fue de 2 m/min. Todo el sistema se puede transportar usando una camioneta y monitorear las perforaciones en la cantera ya que el sistema opera con una batería.

## 3. Resultados y Discusión

Con la técnica PGNAA se pueden analizar la mayoría de los elementos constituyentes de la caliza debido a que el Ca, Si, Fe, Al y S tienen un valor de sección eficaz apreciable de captura neutrónica (Tabla 1). Se realizaron pruebas de banco para determinar la posibilidad de la aplicación del método PGNAA para la caracterización de la caliza de las perforaciones de voladura. Estas pruebas se llevaron acabo en un contenedor con una geometría similar a una perforación de voladura con diferentes grados de caliza. El recipiente se lleno con 800 kg de caliza de una concentración uniforme. La Tabla 2 muestra la composición química de las muestras de caliza utilizadas.

**Tabla 2.** Composición química de las muestraspara las pruebas de banco obtenidas por FRX.

Muestra	SiO <sub>2</sub>	$Al_2O_3$	$Fe_2O_3$	CaO	$SO_3$	
m1	19,84	8,89	3,58	36,58	1,75	
m4	13,68	5,26	2,31	42,23	1,52	
m3	9,58	3,51	1,51	45,56	1,07	
Gallo	2.59	0.47	0,47	53,10	0,49	
						-

Las medidas fueron realizadas para cada muestra con la sonda ubicada en el centro del contenedor y en un tiempo de 10 min. Las regiones de baja y alta energía del espectro obtenido se muestran en la Figura 3. Se observa que los espectros obtenidos son lo suficientemente diferentes con respecto al grado de caliza que garantiza hacer pruebas de campo en las perforaciones de voladura de la cantera de Atocongo. Aquí se presentan los resultados de la parte experimental, se analiza y discute los mismos frente a otros autores (nacionales o internacionales). Si el trabajo es teórico se analiza y discute los resultados del modelo o la simulación empleada.



**Figura 3.** Espectros PGNAA de baja (a) y alta energía de muestras en un contenedor de diferentes grados de caliza.

Se realizaron muestreos con el sistema PGNAA en 33 perforaciones de voladura en la cantera de Atocongo de Cementos Lima S.A. Las perforaciones fueron seleccionadas para proveer un amplio rango de grado de caliza y usando el procedimiento de rutina de recolección de las muestras se realizaron los análisis por FRX de las mismas perforaciones en el Laboratorio de Control de Calidad de Cementos Lima. Toda la perforación (entre 9 y 13 m) fue analizada con la sonda y se recolectaron espectros PGNAA en intervalos de 10 cm. La velocidad de la sonda fue de 2 m/min para tener una buena estadística.

En la Figura 4 se muestran las regiones de baja y alta energía de los espectros para toda la perforación con baja (612 y 606), media (486 y 920) y alta (222 y 232) ley de caliza. Se observa que los espectros se pueden diferenciar fácilmente en función del grado de caliza de la perforación.



**Figura 4.** Espectros PGNAA de baja (a) y alta (b) energía correspondientes a diferentes perforaciones de voladura en la cantera de Atocongo.

Para la calibración del sistema se sumó todos los espectros obtenidos para cada perforación y con la ayuda de los resultados del análisis de FRX de cada perforación se procedió a identificar las regiones de interés para cada elemento. Para la normalización de las regiones de interés se tienen los picos del H y B que siempre se tienen presente debido a que el blindaje del detector tiene estos elementos. Las regiones de interés que dieron una buena calibración se muestran en la Tabla 3.

**Tabla 3.** Razones de las regiones de interés del espectro utilizados para las curvas de calibración de la sonda PGNAA.

Razón de la región de interés	elemento
Rat 1 = (310-330)/(16-28)	Ca
Rat 2 = (165-185)/(16-28)	Si
Rat 3 = (370-390)/(16-28)	Fe
Rat 4 = (370-390)/(101-121)	Ca
Rat 5 = (261-281)/((16-28)	S
Rat 6 = (285-305)/(16-28)	Fe

Para obtener la curva de calibración se utilizaron las razones de las regiones de interés para cada elemento y fueron modelados usando análisis de regresión hasta obtener el mejor ajuste con respecto a los datos de FRX. Las curvas de calibración obtenidas son:

%CaO = 59.73 + 4461 \* Rat 1 - 3519.7 \* Rat 2
%SiO<sub>2</sub> = -4.63 - 5457.4 \* Rat 1 + 4137.6 \* Rat 2
%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = -3.95 + 1777.9 Rat 3
%SO<sub>3</sub> = -.34 + 27.42 \* Rat 4 - 81.24 \* Rat 5
%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = -5.18 - 2533.9 \* Rat 6 + 2239.8 \* Rat 2
Las curvas de calibración tienen sentido

físico porque están relacionadas al elemento de interés y debido a que hay una correlación entre determinados elementos en la cantera, por ejemplo en el caso del CaO esta relacionado al Ca y el Si. En la Figura 5 se muestran los resultados de análisis de las perforaciones medidos por FRX y por PGNAA para el CaO y SO<sub>3</sub>.



**Figura 5.** Correlación de las concentraciones de (a) CaO y (b)  $SO_3$  obtenidos por FRX y calculados por PGNAA.

Se observa que hay una buena correlación entre las medidas de FRX y PGNAA para el CaO y SO<sub>3</sub>. Curvas de correlación similares se ha obtenido para el SiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Se observa que algunos puntos no tienen buena correlación debido a que la representatividad de la muestra medida con PGNAA y FRX no es la misma. Hay que tener en cuenta el error que se comete al muestrear, ya que el dentrito es de aproximadamente 1000 kg y se tiene que obtener una muestra representativa de unos 200 g. Una vez calibrado el sistema se puede obtener información del grado de la caliza en función de la profundidad en las perforaciones de voladura (Figura 6).



**Figura 6.** Perfil de la concentración de CaO de las perforación de voladura 204 de la cantera de Atocongo por cada intervalo de 10 cm y 50 cm en función de la profundidad.

El perfil de la concentración por cada 10 cm no es muy representativa debido a que la señal proviene de un radio de 40 cm, por eso se realiza la suma de los espectros cada 50 cm para obtener un perfil semicuantitativo. Esta información es adicional, debido a que en el análisis tradicional solo se tiene un valor del grado de caliza por cada perforación de voladura.

Usando la curva de calibración se obtuvo el perfil de algunas perforaciones de voladura de la cantera Pucara (Figura 7).



**Figura 7.** Perfil de la concentración de CaO de las perforaciones de voladura 345, 439 y 442 de la cantera de Pucara en función de la profundidad.

La información del perfil es muy importante cuando la beta es heterogénea, por que el error de muestreo es crítico. Esta información es muy útil para caracterizar la cantera y realizar la proyección del minado de la misma. El perfil de la concentración en función de la profundidad se puede obtener para el CaO, SiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y SO<sub>3</sub> (Figura 8).



**Figura 8.** Perfil de las concentraciones de CaO,  $Fe_2O_3$ ,  $SiO_2$  y  $SO_3$  de la perforación de voladura 232 de la cantera de Atocongo en función de la profundidad.



**Figura 9.** Perfil de las concentraciones de CaO en las perforaciones de voladura del proyecto 2720 de la cantera de Atocongo en función de la profundidad.

Se ha realizado medidas PGNAA de varias perforaciones de voladura de los proyectos 2720 y 2737. En la Figura 9 se observa la variación de la concentración de CaO en función de la profundidad de algunas perforaciones de voladura del proyecto 2720, esta información es muy útil para caracterizar la beta. El perfil de las concentraciones de CaO, SiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SO<sub>3</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en la perforación de voladura en función de la profundidad y la concentración de las mismas para perforación obtienen la se inmediatamente de terminada la medición PGNAA.

### 4. Conclusiones

Los resultados obtenidos en pruebas de campo en la cantera de Atocongo y Pucara ha demostrado la viabilidad de la técnica de PGNAA. Esta técnica puede determinar *in situ* la concentración de varios elementos tales como: CaO, SiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, y SO<sub>3</sub> en la cantera. El perfil de la concentración del elemento de interés de la perforación en función de la profundidad que se obtiene con esta técnica es una información que permite conocer como es la distribución del mineral

de interés en la cantera y permitirá realizar una mejor proyección de explotación de la cantera. Los resultados que se obtienen son rápidos y prácticamente después de realizar la medición.

### 5. Agradecimientos

Al Organismo Internacional de Energía Atómica por el financiamiento del proyecto PER/1/014 y al Dr. Jean-Louis Pinault por las discusiones fructíferas sobre la técnica PGNAA.

### 6. Bibliografía

[1] Borsaru M, Ceravolo C. Nucl. Geophys. 1994; 8:343-350.

[2] Charbucinski J, Malos J, Rojc A, Smith C. Applied Radiation and Isotopes. 2003; 59: 197-203.

[3] Charbucinski J, Nichols W. Applied Energy. 2003; 74:313-322.

[4] Leetham D, World Cement. 2008 Enero.

[5] Paul RL, Lindstrom RM. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2000; 243(1):181-189.